

回顾与期望

——我国质谱仪器发展综述

仪器制造专业委员会

自从中国科学院科学仪器厂(以下简称科仪厂)和北京分析仪器厂(以下简称北分厂)于1962年联合制成我国第一台商品质谱计ZhT-1301同位素质谱计以来,已历经了二十八个春秋,回顾我国质谱仪器制造业的发展历程,我们由衷地为所取得的成就感到高兴;我国的质谱仪器制造业从无到有,从测绘仿制到自行设计,现在不但有设备齐全的专业制造厂,还有一支能研究开发的科技队伍,二十多年来,我们已为国内用户提供了各类质谱仪器数千台,有少量出口国外。值此中国质谱学会成立十周年之际,回顾艰苦创业之路,将使我们更珍惜已取得的成绩,并激励全体质谱学工作者为进一步发展我国质谱仪器而努力奋斗。

五十年代中期,中科院原子能所在杨承宗教授领导下研制成功一台Nier型质谱计,测出了氮的三个同位素。此后中科院地质所和其它单位也进行了同位素质谱计的研制工作,而大规模的生产和研制却开始于六十年代初。

1960年初,处于筹建阶段的北分厂,用苏联MII-1305同位素质谱计的图纸,和科仪厂进行联合试制,两厂各派30名技术人员组成试制班子,自1960年8月至1962年8月,试制出两台样机,通过了由国家科委组织的国家级鉴定,荣获全国第一届仪器仪表展览会一等奖。1962年到1972年的十年间,北分厂和科仪厂共生产100台(其中北分厂87台),成为国产大型商品质谱仪器中最多的一個型号。

六十年代初,不少高等学校和科研单位也开展了质谱仪器的研制工作。1964年9月在兰州召开的第四次全国真空测试会议上宣读的论文和研究报告中,有4篇回旋质谱计,1篇射频质谱计和两篇质谱检漏仪的报告。1966年1月在北京举办的“全国仪器仪表新产品展览会”上展出的质谱仪器中,除ZhT-1301外,还有北分厂ZhH-1301化学质谱计,南开大学研制的回旋质谱计,中科院电子所研制的回旋质谱计和SPZJ-1射频质谱计,农科院原子能利用所研制的NYZ-1射频质谱计,及科仪厂研制的超高灵敏度氦质谱探漏仪。特别要指出的是,有关四极滤质器的研制已获成果:东南大学(原南京工学院)送展了四极质谱检漏仪,清华大学和北分厂送展了ZhL-01四极滤质器。此两项成果距国际上第一个商品四极质谱计的问世仅晚三年,我国是世界上第三个开展此项研制工作的国家。

此外,成都仪器厂于1962年10月鉴定了HZJ-1氦质谱检漏仪,开始批量生产。清华大学对苏ПТН-4A氦质谱检漏仪的离子光学系统作了重大改进后,与沈阳教学仪器厂协作于1964年试制成功6401氦质谱检漏仪,灵敏度比ПТН-4A高两个数量级,达

10^{-12} 帕·米³/秒,获国家科委、国家经委和国家计委联合颁发的一等奖。这一时期,北分厂还试制成功用于军工生产的装有多位热电离离子源的 6302 质谱计。大型双聚焦质谱计的研制也起自这一时期。

总之,六十年代初是我国质谱仪器研制和生产的成长发展阶段。当时国家虽遇经济困难,但从事于开发工作的科技人员和工人发扬艰苦奋斗、顽强拼搏精神,为自力更生发展我国质谱仪器制造业迈出了重要一步,奠定了进一步发展的基础。其后由于历史条件所限,上述大部分研究成果最终未形成商品。

二

六十年代末至八十年代的十多年间,是我国质谱仪器制造业的鼎盛期。研究所、高校和工厂竞相而起,或厂校、厂所协作,或独立进行,新产品不断出现,通过鉴定,且多数形成批量生产。

固体双聚焦火花源质谱计的研制始于 1964 年。1965 年由科仪厂自行设计加工,1968 年总装总调,但因一度中断未能改进成商品。到 1970 年,科仪厂又与上海电子光学研究所合作,完成了 Zhp-2 型固体双聚焦火花源质谱计的试制,并通过了上海市科委组织的鉴定,仪器指标达到当时国外同类仪器的先进水平。此后,科仪厂于 1972 年又进行了改进,使其分辨本领在不降低灵敏度的情况下,由原来的 2000 提高到 2600。此种仪器共生产了十台。科仪厂自 1973 年起,还开始研制更大的新型质谱仪器——离子探针,到 1978 年研制成功 LT-1 离子探针质谱微分析仪,该仪器在离子光学设计、消除有机质谱峰干扰以及仪器调试显示方法等方面均有独创,受到国内外同行的好评,在第一届全国科学大会上被评为特等奖。在有机质谱计方面科仪厂与大连化物所和沈阳自动化所协作研制的 SZJ-1 型色谱-质谱-计算机联用仪,于 1975 年通过了中科院的鉴定,获 1978 年中科院重大科技成果奖。科仪厂还完成了分辨本领高达 50000 的 Zhp-5 双聚焦高分辨有机质谱计的研制,获 1980 年中科院科技一等奖,这是我国自行研制的分辨本领最高的质谱计。此外,科仪厂还开始了对质谱仪器另一个新领域——飞行时间质谱计和原子探针-场离子显微镜的开发工作,自 1978 年到 1982 年完成了飞行时间质谱计的研制,1983 年研制成功原子探针,并开始与沈阳科仪厂合作,进一步开发原子探针-场离子显微镜,于 1984 年 10 月通过院级鉴定,填补了我国在该项技术上的空白。

北分厂质谱仪器的研制与生产自 1960 年起一直未中断,自六十年代中到七十年代初,完成了一系列各具特点的专项产品的开发,1968 年研制成功用于风洞冲击波试验的 6801 质谱计,解决了狭缝进样和快速响应难题;ZhG-01 流程质谱计成功地解决了炼钢转炉烟道气的多组份快速定量分析;在 6302 基础上改进的分别用于气体和固体样品的 6601 和 6602 质谱计;场半径仅 1 厘米的超小型 90°磁偏转质谱计——铍检测器已成功地用于原子钟上;ZhL-02 四极分压强计是我国第一台商品四极质谱计;705 型四极分析器是专为空间应用而设计的体积小,重量轻,耗电少的质谱计。自七十年代中,北分厂系统地开发有机、同位素和四极质谱仪器。1978 年一年内就鉴定了三项产品,即 ZhD-01S 色-质联用仪,ZhT-02 同位素质谱计和 ZP-4001 四极分压强计。ZhD-01S 的主要性能指

标达到了当时同类仪器的世界先进水平,获全国科技大会成果奖,1977年赴日本展出,批量生产了7台;ZP-4001是北分厂与兰州物理所协作开发的,1979~1984的5年间共生产了50多台,在激光分离同位素热核反应研究和分子束外延等科研、生产领域发挥了良好作用。到八十年代初,北分厂还试制成功LZL-203四极质谱计,ZhT-03气体同位素质谱计和在此基础上改进的农用、医用同位素质谱计和静态氦同位素质谱计;以及在ZhT-02上附加6位和20位热电离源而改进的LZD-207同位素质谱计,还试制了质量范围最高达800的色谱-四极质谱联用仪。其中,LZL-203结构紧凑、性能良好、操作简便、价廉,受到用户好评,已销售80多台,并开始出口国外;LZD-207也打入国际市场,氦同位素质谱计获科技二等奖。

曾是我国最早开展四极质谱计研究工作的东南大学,亦在七十年代中恢复了研究工作,先是与上海电动工具研究所和南京电子器厂研制样机,后又与南京分析仪器厂协作,先后试制成功SZ-001,SZ-002和SZ-003等系列四极质谱计产品,使南京分析仪器厂成为我国又一个质谱仪器制造厂家,自1983年以来,已为国内用户提供了80多台四极产品,他们还解决了100米长电缆遥控操作,申请了离子放大器收集极的防潮技术的专利。

这一时期,进行质谱仪器研制和生产的单位还有:清华大学与沈阳教学仪器厂研制成功ZLS-150四极滤质器,生产了30多台;兰州物理所,平凉电子管厂和兰州中兴电子仪器厂研制成功并生产SJX系列四极质谱计,北京电子管厂与北京真空仪表厂也试制成功四极质谱计;厦门大学研制成功ZP-2单聚焦质谱计,共生产四台。清华大学还于1986年研制成功高性能的二次离子四极质谱计,采用14毫米直径的粗杆和大功率DC/RF电源,获得了极高的灵敏度,在大型四极质谱计的制造技术上获得了成功,并填补了我国静态二次离子四极质谱计的空白。

质谱仪器的另一个类别——单极质谱计也在这一时期得到开发。1972年,北分厂首次试验,获得了质量范围达50的单位分辨质谱;1980年中科院大连化物所研制成功质量范围高达200的单极质谱计;航天医学工程研究所自1980年以来一直进行单极质谱计的研制,到1986年,先后鉴定了DZF-150和DZF-200单极残余气体分析器、XDF-1可携式单极质谱仪和用于表面吸附-脱附分析的单极质谱计等系列产品。其中DZF-200的最高质量达300,可列国际先进水平。此外,偏心型结构的单极质谱计还获得实用型国家专利。

值得指出的是一些用户也在开发和改进质谱仪器方面作出了成绩。如国营814厂于1975年研制成功814-1型同位素分析专用质谱计。中国原子能科学院进行了离子源、接收器和探测器的改进,中国科学院化学所、中国农业科学院原子能利用所把同位素质谱仪改进用于有机分析。科学院大化所也进行了质谱仪有关部件的改进。国家地震局地质研究所研制了两台WHM-1型质谱计,测定地下气体中He/Ar,N₂/Ar比值,用于地震监测和预报。厦门大学在不久前研制成功激光脉冲飞行时间质谱计。中科院贵阳地化所于1976年研制成功ZhP-3小型磁质谱计用于静态Ar分析,又于1984年研制成功WAM-1水氦质谱计,用于水中氦的分析。

作为质谱仪器的一个重要分支的氦质谱检漏仪在这一时期也取得稳步发展。我国生

产氦质谱检漏仪的最大厂家——成都仪器厂,继 HZJ-1 后又先后研制成功 ZLS-21, 22, 23 和 24 等系列产品,到 1989 年已累计生产 1800 多台,为我国真空检漏作出了重大贡献。科仪厂也先后试制成功 7 个型号的用于不同场合的氦质谱检漏仪,成为该厂批量生产数量最多的产品,其中 Zhp-4G 生产 60 台,Zhp-10 生产 70 台,Zhp-7 逆扩散氦质谱检漏仪获得了科学院颁发的二等奖。沈阳教学仪器厂,南平国营 8400 厂和天津华北电器社也是这一时期氦质谱检漏仪的主要生产厂家。

三

自八十年代后期以来,由于改革开放的深入,我国质谱工作者与国外同行有了较多的交往,美、英、西德、日本和法国等国的最新质谱仪也随之进入我国市场,先进的国外质谱技术使我们耳目一新,也看到了技术上的明显差距:功能、精度、自动化程度及可靠性等在不同程度上还达不到国外先进水平,同位素质谱计、色-质联用仪器、无机质谱计和表面分析的二次离子质谱计等高档仪器的差距尤为突出,以至失去了竞争力。

虽然如此,在一些小型和低档的四极仪器和专用仪器上,这一时期还是有些进展的。北分厂开发了测量微量氦的 LZL-902 氦四极质谱计,研究毒气报警机制的大气压电离四极质谱计,以及正在开发的取代 ZP-4001 的新一代 LZL-204 四极质谱计;南京分析仪器厂也为自己的 SZ 系列四极质谱计开发出 CSZ-200 型数据系统;科仪厂还开发了用于质谱仪器的通用数据系统。但小型四极或专用仪器的市场有限、经济效益不高,难于扭转质谱仪器制造业的被动局面。

形势迫使制造厂走技术引进之路。科仪厂先后引进组装了英国 VG 公司的 VG-7070E、VG-70SE 和日本岛津公司的 QP-1000A 色-质联用仪;北分厂引进了美国 HP 公司的 HP5970B 质量选择检测器的制造技术。这些措施使我国的质谱制造技术有一定提高。例如 QP-1000A 色-质联用仪经部分国产化后于 1988 年教委招标时能中标 23 台,满足了国内部分用户需要。但质谱仪器是高技术密集产品,由于国产化的措施还仅限于质谱技术的次要方面,国产化率低,与其配套的其它工业产品也难满足需要,同时还存在着国外仪器的竞争,使引进技术尚未达到预期目标,色-质联用仪和同位素质谱计等用量大的仪器仍需进口。

国产仪器市场萎缩、技术人员的老化、断层和流失在很大程度上已经影响到质谱仪器制造业的发展。这一情况必须引起上下各方面的重视,特别希望有关决策部门,能迅速采取措施,扭转目前的局面。我们建议:

1. 质谱仪器是大型综合精密分析仪器的一个重要系列,从科学研究到工业流程生产,从军工到民用,从原子能、地质、电子工业到石化、冶金等产业部门都广泛使用,实属高技术产业。为使前人从无到有、艰苦创业建立起的这一产业在我们这样的大国得到振兴和发展,必须在国家主管部门建立大型精密仪器的振兴领导机构,统筹规划、协调发展、重点扶持各有关生产研制单位,组成一个强有力的中国质谱仪器研究开发与生产的联合体。消化吸收进口样机的关键技术使其国产化,尤其要完善数据处理与控制功能,使国产仪器的性能与可靠性大大提高一步。

2. 强化投资、实行优惠政策,如建立专项开发基金,按项目合同给予重点支持,实行免税政策,降低产品价格,增强竞争力;对技术改造提供低息贷款;对关键元器件和材料的进口实行免征海关税和给予外汇指标。

3. 大力扶持已实施的技术引进项目,并适当保护市场,以促进技术引进达到预定目标。

我们相信在上级部门的关心和帮助下,在广大质谱工作者的共同努力下,在不远的将来,提高我国质谱仪器制造水平还是有可能的,这将为实现我国四个现代化作出新的贡献。

谨献给我国从事质谱仪器研究、设计和制造的全体同志,献给中国质谱学会成立十周年。